

Generate Collection Print

JP 5-262850

L16: Entry 47 of 69

File: DWPI

Oct 12, 1993

DERWENT-ACC-NO: 1993-357228

DERWENT-WEEK: 199345

COPYRIGHT 2003 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Sealant compsn. for liq. crystal cell and display element - comprises epoxy! resin of tri-phenol-methane type and e.g. resorcinol di:glycidyl-ether resin, phenol novolak resin, inorganic filler and silane coupler

INVENTOR: \_

## PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE	CODE
NIPPON KAYAKU KK	NIPK

PRIORITY-DATA: 1992JP-0091468 (March 18, 1992)

## PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 05262850 A	October 12, 1993		004	C08G059/20

## APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
JP 05262850A	March 18, 1992	1992JP-0091468	

INT-CL (IPC): C08G 59/20; C08K 5/54; C08L 63/00; G02F 1/1339

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 05262850A

## BASIC-ABSTRACT:

Sealant compsn. for liq. crystal cell comprises (a) epoxy resin comprising 10-50 wt.% of triphenolmethane type and 50-90 wt.% of at least one bisphenol F type, bisphenol A type epoxy resin or resorcinol diglycidylether resin, (b) phenol novolak resin with softening pt. upto 75 deg.C., (c) inorganic filler with average particle dia. upto 1 micron and (d) silane coupler.

Also claimed is: liq. crystal display element sealed with the sealant compsn..

ADVANTAGE - Prod. has excellent moisture resistance.

In an example, 30g of polyfunctional epoxy resin (formula (1)), 70g of bisphenol F type epoxy resin, 60g of phenol novolak resin of formula (2) (content of a cpd. where R' = H; n' = 1 and/or 2 is 75% and softening pt. 23 deg.C. 85g of spherical silica of 0.5 micron average dia. 2g of gamma-glycidocrypropyl trimethoxysilane, 2g of phenol salt of diazabicycloundecene and solvent (27g, ethylcellosolve) were mixed in a vacuum kneader giving 176g of the sealant compsn. (100 poise at 25 deg.C.); then cured at 150 deg.C. for 2 hrs.. Liq. crystal cell was prep'd. by injecting a liq. crystal. The cell showed no change after 1000 hrs. at 60 deg.C. and 90% RH.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-262850

(43)公開日 平成5年(1993)10月12日

(51)Int.Cl <sup>5</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 08 G 59/20	NHQ	8416-4 J		
C 08 K 5/54	NLC	7242-4 J		
C 08 L 63/00	NJS	8830-4 J		
G 02 F 1/1339	505	7348-2K		

審査請求 未請求 請求項の数 2(全 4 頁)

(21)出願番号 特願平4-91468

(22)出願日 平成4年(1992)3月18日

(71)出願人 000004086

日本化薬株式会社

東京都千代田区富士見1丁目11番2号

(72)発明者 荷見 直美

東京都北区志茂3-42-7 コーポラスイ

ナガキ102

(72)発明者 平野 雅浩

埼玉県与野市上落合1039

(72)発明者 石井 繁

東京都保谷市下保谷2-7-21

(72)発明者 高橋 信雄

埼玉県川口市宮町11-23-406

(54)【発明の名称】 液晶セル用シール剤組成物及び液晶表示素子

(57)【要約】

【構成】 (a) トリフェノールメタン型エポキシ樹脂10～50重量%、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、ビスフェノールA型エポキシ樹脂又はレジルシノールジグリシジルエーテル樹脂から選ばれる一種以上の樹脂50～90重量%からなるエポキシ樹脂、(b)軟化点75℃以下のフェノールノボラック樹脂、(c)平均粒径1ミクロン以下の無機充填剤、(d)シランカップリング剤からなる液晶セル用シール剤組成物、およびその液晶セル用シール剤組成物でシールされた液晶表示素子。

【効果】 耐久性に優れた液晶表示素子の製造が可能になった。

1

2

## 【特許請求の範囲】

- 【請求項1】(a) トリフェノールメタン型エポキシ樹脂10~50重量%、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、ビスフェノールA型エポキシ樹脂又はレゾルシノールジグリシルエーテル樹脂から選ばれる一種以上の樹脂50~90重量%からなるエポキシ樹脂  
 (b) 軟化点75°C以下のフェノールノボラック樹脂  
 (c) 平均粒径1ミクロン以下の無機充填剤  
 (d) シランカップリング剤
- からなる液晶セル用シール剤組成物

【請求項2】請求項1記載の液晶セル用シール剤組成物でシールされた液晶表示素子

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は液晶セル用シール剤組成物及び液晶表示素子に関する。

## 【0002】

【従来の技術】液晶セル用シール剤に要求される特性は、液晶に直接接触するため、液晶に悪影響のない事はもちろんあるが、さらに液晶の配向性を付与するポリイミド膜への汚染のない事、又液晶セルのギャップ（間隔）を一定に保つためのスペーサーの径より大きな径を持つ充填物がないこと等が要求される。更に液晶表示素子の耐久性の面から、優れた耐湿性を有している事、液晶セルの温度変化による膨張、収縮によりかかるストレスに耐え得る強い接着力と適度の硬さ等が要求される。この様にシール剤に要求される特性はきわめて多く、このため組成物として使用できる原料に制限があり、これらの要求を全て満足するシール剤はまだ開発されていない\*

\*い。とくに液晶の最も弱点である湿度からの保護が可能な耐湿性に優れたシール剤はいまだ開発されていない。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】耐湿性に優れた液晶セル用シール剤及び液晶表示素子を開発すること。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者らは前記した課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、本発明を完成させることに至ったものである。即ち本発明は

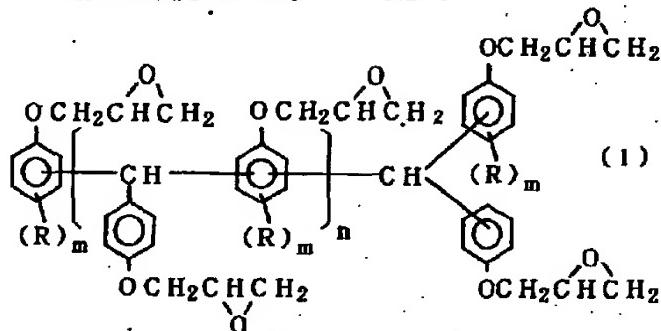
- 10 (a) トリフェノールメタン型エポキシ樹脂10~50重量%、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、ビスフェノールA型エポキシ樹脂又はレゾルシノールジグリシルエーテル樹脂から選ばれる一種以上の樹脂50~90重量%からなるエポキシ樹脂  
 (b) 軟化点75°C以下のフェノールノボラック樹脂  
 (c) 平均粒径1ミクロン以下の無機充填剤  
 (d) シランカップリング剤

からなる液晶セル用シール剤組成物およびこの液晶セル用シール剤組成物でシールされた液晶表示素子を提供するものである。

【0005】本発明で使用するエポキシ樹脂は、多官能のトリフェノールメタン型エポキシ樹脂と、2官能のビスフェノールF型エポキシ樹脂、ビスフェノールA型エポキシ樹脂又はレゾルシノールジグリシルエーテル樹脂から選ばれる一種以上の樹脂の混合物からなる。本発明で使用する多官能のトリフェノールメタン型エポキシ樹脂は、式(1)

## 【0006】

## 【化1】



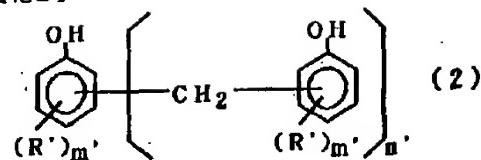
【0007】(式(1)中Rは水素または炭素数10以下のアルキル基を、mは1、2または3を、nは0または整数をそれぞれ示す)で示される多官能のエポキシ樹脂で、その使用量は前記した範囲で使用するがこれよりも使用量が多い場合、硬化物の物性が硬くて脆くなり液晶セルの温度変化によるストレス(ヒートサイクル)に対し弱くなり好ましくない。また使用量が前記の量より少ないと耐湿性の低下がみられ好ましくない。前記した2官能のエポキシ樹脂の1種以上と前記した範囲で組み合わせる事により耐ヒートサイクル性と耐湿性に優れ※50

※たシール剤組成物を得る事が出来る。なお前記した2官能のエポキシ樹脂はいずれもエポキシ当量200以下の液状エポキシ樹脂である。

【0008】次に本発明で使用するフェノールノボラック樹脂はその軟化点が75°C以下、好ましくは50°C以下のものである。そのようなフェノールノボラック樹脂はしゃう酸等の酸触媒の存在下、過剰のフェノール類とホルマリンを反応させた後、未反応のフェノール類を回収する事により得られる式(2)

## 【0009】

【化2】



【0010】(式(2)中R<sup>1</sup>は、水素、低級アルキル、低級アルコキシ、またはハロゲンを示し、m<sup>1</sup>は1～3の整数を示し、m<sup>1</sup>が2または3のときR<sup>1</sup>は異なる種類であってもよい。n<sup>1</sup>は整数を示す。)においてn<sup>1</sup>=1及び/又は2で示される成分が好ましく、これが通常35ないし80%、好ましくは45～75%含有されるフェノールノボラック樹脂である。通常使用されている汎用のフェノールノボラック樹脂は、n<sup>1</sup>=1及び/又は2で示される成分はせいぜい25%以下である。本発明で使用するフェノールノボラック樹脂の使用量は、エポキシ樹脂に対し0.7～1.2化学当量、好ましくは0.8～1.1化学当量用いる。本発明でのフェノールノボラック樹脂は硬化物に適度な可撓性を付与し、耐ヒートサイクル性を向上させるのに有用である。

【0011】次に本発明で使用する無機充填剤は、平均粒径1ミクロン以下好ましくは0.2～0.5のシリカまたはアルミニナ粉末で、形状は破碎、球状のいずれでもよい。ただし最大粒径は液晶セルのギャップを確保するために用いるスペーサーより小さくなければならない。無機充填剤の使用量は組成物の全重量の20～60重量%、好ましくは30～50重量%になる量使用する。無機充填剤の使用量が本発明の使用量より少ない場合、耐湿性の低下がみられ好ましくなく、又、多い場合は作業性の低下と接着強度の低下をもたらし好ましくない。

【0012】次に本発明で使用するシランカップリング剤の例としては、例えばヤーグリシドキシプロピルトリメトキシシラン、β-(3、4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、3-クロロプロピルトリメトキシシラン、3-ウレイドプロピルトリエトキシシラン、3-アミノプロピルトリエトキシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、等があげられ、その使用量は、エポキシ樹脂100重量部に対し1～10重量部好ましくは2～5重量部である。本発明で使用するシランカップリング剤は、液晶セルとの接着性を向上させ耐湿性を向上させるのに役立つ。

【0013】本発明の液晶セル用シール剤組成物は、通常硬化促進剤を用いて硬化する。使用する硬化促進剤の種類、使用量は特に限定されないが、例えばイミダゾール類、ビシクロウンデセン(DBU)、トリスジメチルアミノメチルフェノール、トリフェニールホスピン等があげられ、その使用量はエポキシ樹脂100重量部に対し0.1～10重量部好ましくは0.3～5重量部で

ある。

【0014】本発明の液晶セル用シール剤組成物は、前記したエポキシ樹脂、フェノールノボラック樹脂、無機充填剤、シランカップリング剤、硬化促進剤の所定量を、必要であればエチルセロソルブ、アーエトキシー-2-アプロパノール等のセロソルブ類、ブチルカルビトール等のカルビトール類、メチルエチルケトン等のケトン類の溶剤を用い、真空ニード等で均一にかき混ぜる事により容易に製造できる。得られた液晶セル用シール剤組成物を、液晶セル用ガラス基板にディスペンサーを用いるか、スクリーン印刷によりシール部分に塗布し張り合わせを行い、80～200℃好ましくは100～150℃で、1～10時間好ましくは2～5時間硬化させた後、得られたセルに液晶を注入し、注入口を封止する事により液晶表示素子を得る。本発明の液晶セル用シール剤組成物は耐久性にすぐれた液晶表示素子を製造するための樹脂組成物として有用である。

【0015】

【実施例】以下に実施例で本発明を更に詳しく説明する。

## 実施例1

式(1)で示される多官能エポキシ樹脂(R=H, n:0～2の混合物、EPPN501、日本化薬社製、エポキシ当量165)30g、ビスフェノールF型エポキシ樹脂(RE-304、日本化薬社製、エポキシ当量170)70g、式(2)において、R<sup>1</sup>が水素原子で、n<sup>1</sup>=1及び/又は2で示される成分の含有率が75%である、軟化点23℃のフェノールノボラック樹脂(PN-152、日本化薬社製)60g、平均粒径0.5ミクロンの球状シリカ(エスコートM2005、新日鉄化学社製)85g、ヤーグリシドキシプロピルトリメトキシシラン(サイラエースS510、チッソ社製)2g、ジアザビシクロウンデセン(DBU)のフェノール塩(U-CAT SA-1、サンアプロ社製)2g、及び溶剤としてエチルセロソルブ27gを加え真空ニードで均一になるまでかき混ぜ、本発明の液晶セル用シール剤組成物276gを得た(25℃の粘度100ポイズ)。得られたシール剤組成物を用い、液晶セル用基板の片面にスクリーン印刷法により幅0.5ミリ、厚さ1.5ミクロンになるように印刷した。この基板を80℃で1時間加熱して溶媒を除いた後、もう一方の液晶セル用基板と重ね合わせ150℃で2時間硬化した。得られたセル内に液晶を注入した後、注入口を封止し液晶セルを作製した。この液晶セルは温度60℃、湿度90%の環境下100時間経過してもまったく異常は認められなかった。

【0016】実施例2

実施例1で使用したビスフェノールF型エポキシ樹脂(RE-304、日本化薬社製、エポキシ当量170)70gの代わりに、レゾルシノールジグリシジルエーテル樹脂(RGE-H、日本化薬社製、エポキシ当量12

1) 70 g、軟化点23℃のフェノールノボラック樹脂の使用量を60 gから76 gに代えた他は実施例1と同様にして本発明の液晶セル用シール剤組成物292 gを得た(25℃の粘度95ポイズ)。得られたシール剤組成物を用い、実施例1と同様にして液晶セルを作製し、実施例1と同様の環境テストを行ったが異常は認められなかった。

#### 【0017】実施例3

実施例1で使用したビスフェノールF型エポキシ樹脂(RE-304、日本化薬社製、エポキシ当量170)

70 gの代わりに、ビスフェノールA型エポキシ樹脂

(RE-310S、日本化薬社製、エポキシ当量180)

70 g、軟化点23℃のフェノールノボラック樹脂

10

(PN-152、日本化薬社製) 60 gの代わりに、式(2)において、R<sup>1</sup>が水素原子で、n<sup>1</sup>=1及び/又は2で示される成分の含有率が45%である、軟化点50℃のフェノールノボラック樹脂(PN-154、日本化薬社製) 60 gに代えた他は、実施例1と同様にして本発明の液晶セル用シール剤組成物292 gを得た(25℃の粘度125ポイズ)。得られたシール剤組成物を用い、実施例1と同様にして液晶セルを作製し、実施例1と同様の環境テストを行ったが異常は認められなかつた。

#### 【0018】

【発明の効果】耐久性に優れた液晶表示素子の製造が可能になった。